

Apparatus for volumetric proportioning and transferring of a sample into a measuring vessel while excluding air

Veröffentlichungsnr. (Sek.) DE3507032
Veröffentlichungsdatum : 1986-08-28
Erfinder : ZANDER ROLF PROF DR MED (DE); WOLF HANS UWE PROF DR RER NAT (DE)
Anmelder :: ZANDER ROLF PROF DR MED; WOLF HANS UWE PROF DR RER NAT
Veröffentlichungsnummer : ☐ DE3507032
Aktenzeichen:
(EPIDOS-INPADOC-normiert) DE19853507032 19850228
Prioritätsaktenzeichen:
(EPIDOS-INPADOC-normiert) DE19853507032 19850228
Klassifikationssymbol (IPC) : G01F11/12 ; G01N21/11
Klassifikationssymbol (EC) : G01F11/20, G01N1/00B1B, G01N1/00B2
Korrespondierende Patentschriften

Bibliographische Daten

The transfer of a liquid or gas sample into a measuring vessel which is sealed against the external atmosphere by a gastight membrane, can at present be effected only by the laborious and expensive use of a syringe. The present invention represents a simple device which is able to proportion such a sample and then transfer it into a measuring vessel (e.g. a cuvette) without any contact occurring between the content of the measuring vessel and the external atmosphere. An essential part of this device is a so-called sample bore which can receive said sample. Proportioning and inward transfer of the sample in each case is effected by means of displacement of that part of the device which carries the sample bore. In one case this is a plug which, for the purpose of inward transfer, is displaced towards the interior of the measuring vessel; in another case it is a conical plug which is rotated in a sheath by 90 DEG and thus, via two grooves, accomplishes the contact of the sample bore with the interior of the measuring vessel.

Daten aus der **esp@cenet** Datenbank -- 12

⑮ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Pat ntschrift
⑩ DE 35 07 032 C 2

⑤ Int. CL⁴:
G 01 F 11/12
G 01 N 21/11

⑲ Aktenzeichen: P 35 07 032.3-52
⑳ Anmeldetag: 28. 2. 85
㉑ Offenlegungstag: 28. 8. 86
㉒ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 2. 5. 91

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:

Zander, Rolf, Prof. Dr.med., 8500 Mainz, DE; Wolf,
Hans Uwe, Prof. Dr.rer.nat., 7810 Neu-Ulm, DE

⑦④ Vertreter:

Weber, D., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Saiffert, K.,
Dipl.-Phys., Pat.-Anwälte, 6200 Wiesbaden

⑦② Erfinder:

gleich Patentinhaber

⑤⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-OS 33 03 778 A1
DE-OS 30 30 152 A1
DE-OS 14 73 169
DD 1 35 419
FR 21 47 988
US 15 52 147

⑤④ Vorrichtung zum volumenmäßigen Abmessen und Übergeben einer Probe von einem ersten in einen zweiten
Raum

DE 35 07 032 C 2

DE 35 07 032 C 2

Abb. 2: Ausführungsbeispiel 2

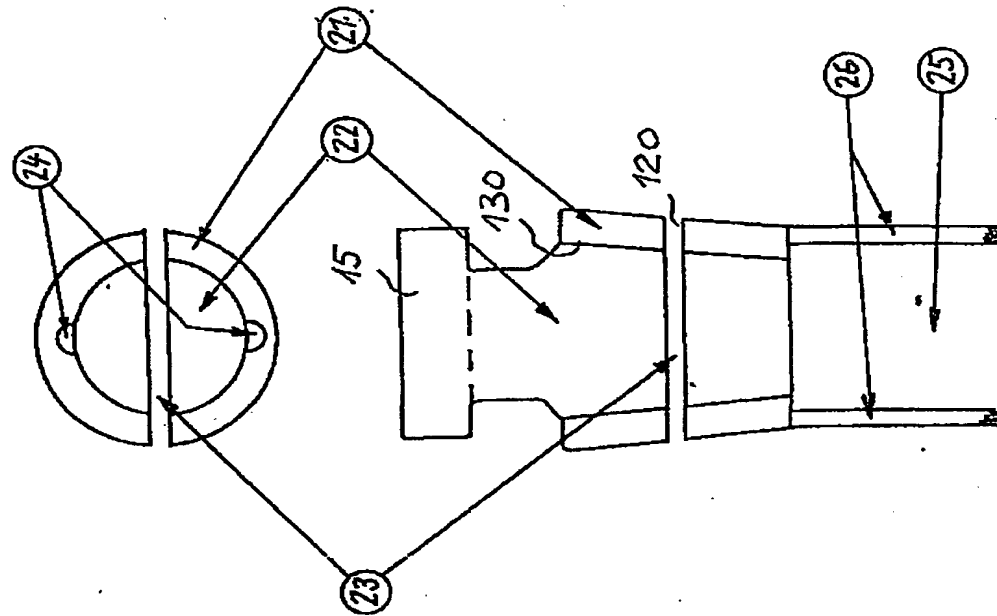
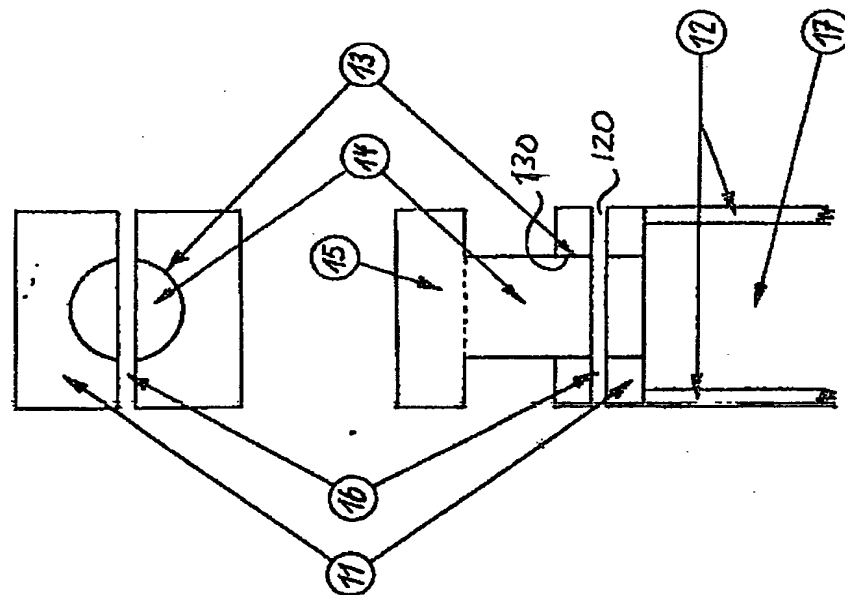


Abb. 1: Ausführungsbeispiel 1



Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum volumenmäßigen Abmessen und Übergeben einer Probe von einem ersten in einen zweiten Raum mittels eines in einem Ventilsitz beweglichen Übergabeschiebers und einer den Schieber durchsetzenden Probenbohrung mit einem definierten Volumen, wobei die Probenbohrung mit ihrem einen Ende in einer ersten Stellung des Übergabeschiebers vor eine Öffnung zur Aufnahme der Probe in die Probenbohrung aus einem ersten Raum verbringbar ist und in einer zweiten Stellung des Übergabeschiebers eine Abgabe des Probenvolumens in den zweiten Raum erfolgt.

In vielen Fällen, in denen die Messung des Gehaltes oder der Konzentration einer Substanz in einem flüssigen oder gasförmigen Medium durchgeführt werden soll, ist es erforderlich, ein genau festgelegtes Volumen dieses Mediums abzumessen und dieses in ein bestimmtes Volumen einer Flüssigkeit, gegebenenfalls einer speziellen Reaktionsflüssigkeit, einzudosieren, bevor in einem eigens dazu vorgesehenen Gefäß (z. B. in einer Küvette), die Messung der optischen Dichte der zu bestimmenden Substanz erfolgen kann. Dies trifft insbesondere dann zu, wenn die zu bestimmende Substanz in ihrer ursprünglichen Form farblos ist und erst nach Reaktion mit einer Reaktionsflüssigkeit eine Färbung annimmt.

Die Abmessungen des Volumens der in die Küvette einzubringenden Probe kann auf unterschiedliche Weise erfolgen, z. B. durch Benutzung einer herkömmlichen graduerten Pipette, einer Präzisionspritze, einer automatischen Pipette mit auswechselbarer Einmalspritze oder mit Hilfe einer Einmalkapillare mit definierter Länge und Durchmesser, d. h. definiertem Volumeninhalt. Alle genannten Verfahren besitzen neben bestimmten Vorteilen auch zum Teil gravierende Nachteile, was ihre Verwendbarkeit unter bestimmten Bedingungen erheblich einschränken kann. So ist bei den ersten beiden Vorrichtungen (graduierter Pipette und Präzisionspritze) der Aufwand zur Reinigung der gebrauchten Vorrichtungen sehr hoch, weswegen in neuerer Zeit automatische Pipetten mit Einmalspritze oder Einmalkapillaren eingesetzt werden. Ein gravierender Nachteil der beiden letztgenannten Vorrichtungen (sowie der herkömmlichen Pipette) besteht andererseits darin, daß diese Vorrichtungen absolut ungeeignet sind, eine bestimmte Probe in eine gegenüber der äußeren Atmosphäre mit Hilfe einer gasundurchlässigen Membran hermetisch abgeschlossenen Küvette einzudosieren, wie sie z. B. in der von Zander, Lang und Wolf entwickelten Sauerstoffküvette vorliegt (siehe hierzu R. Zander, W. Lang und H. U. Wolf, A New Method for Measuring the Oxygen Content in Microliter Samples of Gases and Liquids: the Oxygen Cuvette, in OXYGEN TRANSPORT TO TISSUE III (1978) (I. A. Silver, M. Erecinska and H. I. Bichler, Eds.), Plenum Publishing Corporation, New York, Seiten 107 bis 111; DBP 26 16 9528). Eine solche Membran kann aus naheliegenden Gründen nur von einer feinen Kanüle einer Injektionspritze überwunden werden. Wird zur Eindosierung der betreffenden Proben generell eine Präzisionspritze benötigt, dann ist es wegen der hohen Kosten solcher Spritzen nötig, sie mehrmals zu benutzen, was den oben erwähnten Nachteil einer gründlichen Reinigung und Trocknung dieser Spritzen zwischen jeweils zwei Benutzungen nach sich zieht. Darüber hinaus ist die Handhabung einer derartigen Präzisionspritze in Bezug auf die exakte Einstellung des Volumens und die

Berücksichtigung des Kanülentraumas relativ aufwendig und umständlich.

Die GB-PS 15 52 147 betrifft eine Vorrichtung mit den eingangs genannten Merkmalen. Sie ist jedoch relativ kompliziert und daher als Einmalvorrichtung nicht geeignet. Auch ist sie nicht zur luftfreien Überführung in einen hermetisch abgeschlossenen Meßraum, wie eine Küvette, beschrieben.

Auch die DD-PS 1 35 419 zeigt eine Vorrichtung mit den eingangs aufgeführten Merkmalen. Ihre Probenbohrung wird jedoch mit einer Vakuumvorrichtung gefüllt, was zu Verfälschungen der Probengehalte, z. B. des Sauerstoffgehaltes in Blutproben, führen kann.

Die DE-OS 14 73 169 und die DE-OS 33 03 778 beschreiben eine Vorrichtung, mit der nur unter Druck stehende Flüssigkeiten als Proben aus einem größeren Flüssigkeitsvorrat überführt werden können. Die Bestimmung beispielsweise einzelner Blutproben ist hiermit nicht möglich. Die Vorrichtung gemäß der DE-OS 30 30 152 läßt sich ebenfalls nicht für wechselnde, hermetisch abgeschlossene Proben, wie bei der Untersuchung von infektiösem Blut, verwenden. Das gleiche gilt für die Vorrichtung gemäß der FR-PS 21 47 988, bei der der Flüssigkeitstransport mittels eines komprimierten Gases erfolgt.

Die der Erfindung zugrundeliegende Aufgabe bestand nun darin, definierte Volumina einer Flüssigkeit oder Gasprobe ohne inhaltliche Veränderung, insbesondere durch Einwirkung der Außenatmosphäre, in einen hermetisch abgeschlossenen Meßraum, insbesondere in eine Küvette, zu überführen, um darin beispielsweise ihre optische Dichte bzw. deren zeitliche Änderung ebenfalls unter Luftabschluß zu messen.

Diese Aufgabe wird mit einer Vorrichtung mit den eingangs genannten Merkmalen gelöst, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Probenbohrung als Kapillare ausgebildet ist und in der ersten Stellung mit ihrem anderen Ende mit dem freien Außenraum in Verbindung steht, daß der zweite Raum ein hermetisch abgeschlossener Meßraum ist und daß die Vorrichtung als Einmalvorrichtung aus Kunststoff ausgebildet ist.

Nach einer ersten bevorzugten Ausführungsform ist der Übergabeschieber zylindrisch ausgebildet und in einem zylindrischen Ventilsitz verschieblich und verbindet das Probenvolumen durch axiale Verschiebung mit dem hermetisch abgeschlossenen Meßraum.

Nach einer zweiten bevorzugten Ausführungsform ist der Übergabeschieber wie der Ventilsitz konisch ausgebildet und verbindet das Probenvolumen durch Drehung mit in dem Ventilsitz vorgesehenen, zum hermetisch abgeschlossenen Meßraum führenden Nuten.

In der Zeichnung bedeuten

Fig. 1 im oberen Teil einen Querschnitt und im unteren Teil einen Längsschnitt durch eine erste bevorzugte Ausführungsform nach der Erfindung, wobei die Schnittebenen jeweils durch die Probenbohrung verlaufen, und

Fig. 2 in gleicher Darstellungsweise Schnitte durch eine zweite bevorzugte Ausführungsform nach der Erfindung.

Die erste Ausführungsform nach Fig. 1 kann so beschrieben werden, daß eine herkömmliche Küvette (z. B. eine solche mit einem quadratischen Querschnitt von 10 mm auf 10 mm) einen Aufsatz erhält, der die folgenden Konstruktionsmerkmale aufweist: Dieser Aufsatz besteht aus einem quaderförmigen Körper (11), der aus Kunststoff gefertigt ist. Ein derartiger Aufsatz, der zu einer 10 mm x 10 mm-Küvette (12) paßt, besitzt bei-

spielsweise die Maße 13 mm × 13 mm (Grundfläche) × 5 mm (Höhe). Senkrecht zur Grundfläche besitzt dieser Körper eine kreisförmige Bohrung (13). Der Radius dieser Bohrung ist frei wählbar. Er richtet sich in gewissem Maße nach dem Volumen der abzumessenden Probe. Zweckmäßigerweise liegt der Radius dieser Bohrung zwischen 2 und 4 mm. In diese Bohrung wird ein Stöpsel (14) mit gleichem Radius, d. h. sehr genau passend, eingesetzt. In Ausgangsstellung liegt die untere Begrenzungsfläche des Stöpsels in Höhe der unteren Begrenzungsfläche des quaderförmigen Aufsatzes. Der Stöpsel, der an seinem oberen Ende eine runde oder quadratische Fläche (15) von 150 bis 200 mm² besitzt, läßt sich mit einem Kraftaufwand, der durch Daumen und Zeigefinger eines Erwachsenen erbracht werden kann, um mindestens 5 mm in Richtung Küvetteninneres bewegen.

Sowohl der Küvettenaufsatz als auch der in die oben erwähnte Bohrung eingebrachte Stöpsel besitzen eine waagrecht zum Boden des Aufsatzes verlaufende Probenbohrung (16), die zur Aufnahme der zu untersuchenden Probe dient. Diese Probenbohrung verläuft zweckmäßigerweise von Mitte zu Mitte der seitlichen Begrenzungsflächen des Quaders und damit — bei einer zentralen Anordnung des Stöpsels im Quader — auch durch die Mitte des Stöpsels. In Ausgangsstellung des Stöpsels treffen sich die Probenbohrung der quaderförmigen Platte und die Probenbohrung des Stöpsels exakt und bilden somit eine durch den Aufsatz gehende Kapillare.

Der Radius der waagrecht verlaufenden Probenbohrung ist durch das Volumen der Probe, das durch Verschieben des Stöpsels abgemessen werden soll, determiniert. Soll dieses Volumen z. B. 10 µl = 10 mm³ betragen und mißt der Radius des Stöpsels 4 mm, d. h. die Gesamtlänge der Probenbohrung 8 mm, dann ergibt sich der Radius der Probenbohrung zu 0,63 mm.

Funktionsweise der Vorrichtung: Ist der Stöpsel des Aufsatzes in Ausgangsstellung, wird die zu untersuchende Probe, z. B. Blut, seitlich an ein Ende der Probenbohrung herangebracht. Sie zieht sich dann durch die Wirkung von Kapillarkräften durch die gesamte Probenbohrung bis zum gegenüberliegenden Ende hinein.

Ist die Probenbohrung auf diese Weise luftfrei mit der zu untersuchenden Probe gefüllt, wird der Stöpsel in Richtung des Küvetteninneren (17) so weit verschoben, bis der im Stöpsel liegende Teil der Probenbohrung, der nach den obigen Ausführungen nun eine genau abgemessene Menge der Probe enthält, Kontakt mit dem Inhalt der Küvette erhält. Hier wird dann die Probe durch die in der Küvette enthaltene Flüssigkeit durch Schütteln aus der Bohrung herausgewaschen und mit der Flüssigkeit vermischt. Das Einschleusen der Probe in die Küvette erfolgt also unter Ausschluß eines Kontaktes der in der Küvette enthaltenen Flüssigkeit mit der äußeren Atmosphäre.

Die in Fig. 2 dargestellte Ausführungsform einer Vorrichtung nach der Erfindung, die sich als Aufsatz für Rundküvetten eignet, ist durch die folgenden Konstruktionsmerkmale gekennzeichnet: In einer Hülse (21) mit einem inneren Radius von ca. 2 bis 5 mm und einer Wandstärke von 2 bis 3 mm ist die Innenfläche als ein konischer Schliff gearbeitet, in welchen ein konisch geschliffener Stöpsel (22) eingepaßt ist. Senkrecht zum Schliff verläuft durch Außenhülse und Stöpsel eine Probenbohrung (23), die wie in der Variant gemäß Fig. 1 die zu untersuchende Probe aufnehmen soll. In einem Winkel von jeweils 90° zu den Probenbohrungsteilen in der Hülse sind auf der Innenseite der Hülse zwei Nuten

(24) angeordnet, die auf der Höhe der Probenbohrung beginnen und bis in das Innere (25) der mit diesem Aufsatz fest und gasdicht verschlossenen Küvette (26) reichen. Durch geeignete Dimensionierung von Stöpselradius und Probenbohrungsradius kann das Volumen der Probe wie gewünscht genau festgelegt werden.

Funktion der Vorrichtung: Nach Aufnahme der Probe in die Probenbohrung wird der Schliffstöpsel um 90° gedreht und hierdurch mit den beiden in das Innere der Küvette reichenden Nuten in Verbindung gebracht. Dadurch kann die im Probenbohrungsanteil des Stöpsels vorhandene, genau abgemessene Probe mit Hilfe der in der Küvette enthaltenen Flüssigkeit in die Küvette überführt werden. Das Einschleusen der Probe erfolgt also auch hier ohne Kontakt des Küvetteninhalts mit der äußeren Atmosphäre.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zum volumenmäßigen Abmessen und Übergeben einer Probe von einem ersten in einen zweiten Raum mittels eines in einem Ventilsitz beweglichen Übergabeschiebers und einer den Schieber durchsetzenden Probenbohrung mit einem definierten Volumen, wobei die Probenbohrung mit ihrem einen Ende in einer ersten Stellung des Übergabeschiebers vor eine Öffnung zur Aufnahme der Probe in die Probenbohrung aus einem ersten Raum verbringbar ist und in einer zweiten Stellung des Übergabeschiebers eine Abgabe des Probenvolumens in den zweiten Raum erfolgt, dadurch gekennzeichnet, daß die Probenbohrung (16, 23) als Kapillare ausgebildet ist und in der ersten Stellung mit ihrem anderen Ende mit dem freien Außenraum in Verbindung steht, daß der zweite Raum (17, 25) ein hermetisch abgeschlossener Meßraum ist und daß die Vorrichtung als Einmalvorrichtung aus Kunststoff ausgebildet ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Übergabeschieber (14) zylindrisch ausgebildet ist und in einem zylindrischen Ventilsitz (13) verschieblich ist und das Probenvolumen durch axiale Verschiebung mit dem hermetisch abgeschlossenen Meßraum (17) verbindet.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Übergabeschieber (22) wie der Ventilsitz konisch ausgebildet ist und das Probenvolumen durch Drehung mit in dem Ventilsitz vorgesehenen, zum hermetisch abgeschlossenen Meßraum (25) führenden Nuten (24) verbindet.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen